

# Trägheitseinfluß bei Schwingungsmessungen in koaxialen Zylinderrheometern

## Inertial Effects in Oscillatory Experiments with a Coaxial Cylinder Rheometer

J. Wunderlich,  
Th. Lohmann,  
M.H. Pahl, Paderborn,  
Bad Lippspringe,  
Germany



Hier wird ein Modell für coaxiale Zylinder-Rheometer vorgestellt, mit dem Phasenverschiebungen, die allein auf die Trägheit des Fluids und nicht auf dessen viskoelastische Eigenschaften zurückzuführen sind, berechnet werden können. Beispielrechnungen an Hand des newtonschen Medium Glycerin, daß sich rein viskos verhält, zeigen mit steigender Anregungsfrequenz und größerer Spaltbreite zunehmende Phasenverschiebungen. Die angegebenen Gleichungen führen zu einer modifizierten Reynoldszahl  $Re_{mod}$ , die die Abgrenzung der verfahrenstechnischen und der apparativen Grenzen zuläßt.

### 1 Einleitung

Ein Rheometertyp für die Schwingrheologie ist das Rotationsrheometer mit koaxialen Zylindern. Die periodische, meist sinusförmige Anregung des Außen- oder Innenzyinders ermöglicht es, viskoelastische Stoffeigenschaften eines Fluids zu ermitteln. Je nach untersuchter Substanz ergeben sich ganz bestimmte Zusammenhänge zwischen Schergeschwindigkeit  $\dot{\gamma}$  und Schubspannung  $\tau$ . So schwingt bei einem viskosen Stoff die Schubspannung in Phase mit der Schergeschwindigkeit. Bei einem rein elastischen Körper hingegen besitzt die Schubspannung eine Phasenverschiebung von 90 Grad zur Schergeschwindigkeit. Ein viskoelastischer Stoff ist im Bereich einer Phasenverschiebung von 0 bis 90 Grad einzurordnen [1].

Der Bewegungsvorgang des Fluids im Scherspalt während der Oszillation ist von instationärem Charakter. Um diesen zu veranschaulichen, können die koaxialen Zylinder in Abb. 1a abgewickelt und durch ein Zweiplatten-Modell ersetzt werden. Bei einer stationären Scherung, welche durch die Bewegung der unteren Wand in Abb. 1b mit einer konstanten Geschwindigkeit  $w_x$  erzeugt wird, liegt im gesamten Scherspalt eine konstante Schubspannung  $\tau$  vor. Das Geschwindigkeitsprofil ist linear, und die Schergeschwindigkeit berechnet sich aus  $\dot{\gamma} = w/h$ . Die Viskosität  $\eta$  der Meßsubstanz ist bei Kenntnis der Schubspannung  $\tau$  aus der Beziehung  $\eta = \tau/\dot{\gamma}$  zu berechnen. Wird nun ein Newton-Fluid zwischen diesen beiden Platten periodisch geschert, indem die untere Platte in Abb. 1b sinusförmige Schwingungen ausführt, so erwartet man bei dieser Art der Messung den gleichen Wert für die Viskosität  $\eta$  wie bei der stationären Scherung. Allerdings wird dann vorausgesetzt, daß auch bei der instationären Bewegung des Fluids ein lineares Geschwindigkeitsprofil im Scherspalt vorliegt, wie in Abb. 1b gezeigt, und die Flüssigkeitsträgheit vernachlässigbar ist. Wann diese Annahme sinnvoll ist und wann nicht, soll dieser Beitrag klären.

A mathematical model is presented for use with coaxial cylinder rheometers. The model allows one to determine the phase shift due to inertial effects. Example calculations are performed using a Newtonian fluid (glycerin) that exhibits purely viscous behavior. At increasing frequencies and larger gap widths, the phase shift increases. The equations introduced here lead to a modified Reynolds number  $Re_{mod}$ ; with this quantity limits in processing and rheometrical measurements can be established.

### 1 Introduction

One type of rheometer used for oscillatory measurements is the rotational rheometer with coaxial cylinders. Periodic oscillation (usually varying sinusoidally) of the outer or inner cylinder allows one to measure a fluid's viscoelastic properties. There is a defined relationship between the shear rate  $\dot{\gamma}$  and the shear stress  $\tau$  that depends on the material's properties. For a purely viscous fluid the shear stress is in phase with the shear rate. In contrast, for an elastic solid there is a 90° phase shift between the shear stress and shear rate. By definition, the phase shift for a viscoelastic material has a value between 0 and 90° [1].

Fluid motion in the gap during an oscillatory experiment is by nature unsteady. To illustrate this, the coaxial cylinder can be unwound and treated using a two-plate model, as shown in Figs. 1a and 1b. For steady shear, such as produced by motion of the lower plate at a constant rate  $w_x$ , a constant shear stress  $\tau$  is obtained in the gap. The shear rate profile is linear, and the shear rate is calculated as  $\dot{\gamma} = w/h$ . The material viscosity  $\eta$  can be calculated from the ratio of shear stress to shear rate:  $\eta = \tau/\dot{\gamma}$ . If a Newtonian fluid is subjected to oscillatory shear between these two plates, one expects that the same value of viscosity will be obtained as in steady shearing. For this to be true, the shear rate profile in the gap must be linear (such as shown in Fig. 1b) and inertial effects must be negligible. This paper will clarify the conditions for which this assumption is reasonable.

### 2 Development of a Mathematical Model

The flow behavior of a fluid subjected to oscillatory shear can be described using the Navier-Stokes equations. The following assumptions are made:

1. Boundary effects can be neglected; both the plates and the fluid can be considered to extend infinitely in the x-direction.

This is an extract of the complete reprint-pdf, available at the Applied Rheology website

**134**

This is an extract of the complete reprint-pdf, available at the Applied Rheology website

Rheology 95    <http://www.appliedrheology.org>

September 1995

<http://www.appliedrheology.org>

### Gleichungen/Equations.

$$\frac{dw_x}{dt} = v \cdot \frac{\partial^2 w_x}{\partial y^2} \quad (1)$$

$$y = 0: \quad w_x(0, t) = w_0 \cdot \cos(\omega t) \quad (2)$$

$$y = h: \quad w_x(h, t) = 0 \quad (3)$$

$$w_x = f(y) \cdot \sin(\omega t) + g(y) \cdot \cos(\omega t) \quad (4)$$

$$f(y) \cdot \omega \cdot \cos(\omega t) - g(y) \cdot \omega \cdot \sin(\omega t) = \\ = v \cdot \left[ \frac{\partial^2 f(y)}{\partial y^2} \cdot \sin(\omega t) + \frac{\partial^2 g(y)}{\partial y^2} \cdot \cos(\omega t) \right] \quad (5)$$

$$\frac{\partial^2 g(y)}{\partial y^2} - \frac{\omega}{v} \cdot f(y) = 0 \quad (6)$$

$$\frac{\partial^2 f(y)}{\partial y^2} + \frac{\omega}{v} \cdot g(y) = 0 \quad (7)$$

$$\frac{\partial^4 f(y)}{\partial y^4} + \frac{\omega^2}{v^2} \cdot f(y) = 0 \quad (8)$$

$$\lambda^4 + \frac{\omega^2}{v^2} = 0 \quad (9)$$

$$\lambda_{1,1,1,2} = \pm (1+i) \cdot \sqrt{\frac{\omega}{2v}} \quad (10)$$

$$\lambda_{2,1,2,2} = \pm (1-i) \cdot \sqrt{\frac{\omega}{2v}} \quad (11)$$

$$f(y) = a \cdot e^{i\beta y} \cdot \cos(\beta y + \psi) + b \cdot e^{-i\beta y} \cdot \cos(\beta y + \phi) \quad (12)$$

$$\beta = \sqrt{\omega}/2v \quad (13)$$

$$g(y) = -\frac{\partial^2 f(y)}{\partial y^2} \cdot \frac{v}{\omega} \quad (14)$$

$$g(y) = a \cdot e^{i\beta y} \cdot \sin(\beta y + \psi) - b \cdot e^{-i\beta y} \cdot \sin(\beta y + \phi) \quad (15)$$

$$w_x = a \cdot e^{i\beta y} \cdot \sin(\omega t + \beta y + \psi) + b \cdot e^{-i\beta y} \cdot \sin(\omega t - \beta y - \phi) \quad (16)$$

$$a = \frac{w_0 \cdot \cos \psi}{\sin(\omega + \psi)} \quad (17)$$

$$b = -\frac{w_0 \cdot \cos \psi}{\sin(\phi + \psi)} \quad (18)$$

$$\psi = \arctan \frac{\cos(2\beta h) - e^{-2\beta h}}{\sin(2\beta h)} \quad (19)$$

$$\phi = -(\psi + 2 \cdot \beta \cdot h) \quad (20)$$

$$w_0 = \omega \cdot t = \omega \cdot \frac{s}{2} \quad (21)$$

$$\dot{\gamma}_{y=0} = \dot{\gamma}_0 \cdot \cos \omega t \quad (22)$$

$$\dot{\gamma}_{y=h} = \dot{\gamma}^* \cdot \cos(\omega t + \phi) \quad (23)$$

$$\dot{\gamma} = \frac{w_0 + \beta}{2} \cdot [\cos \phi \cdot e^{i\beta y} \cdot (\sin(\omega t + \beta y + \psi) + \cos(\omega t + \beta y + \psi)) + \sin(\phi + \psi) \cdot e^{-i\beta y} \cdot (\sin(\omega t - \beta y - \phi) + \cos(\omega t - \beta y - \phi))] \quad (24)$$

$$Re_{mod} = \frac{\omega \cdot h^2}{v} \quad (25)$$

$$\phi = -0,208 + 30,84 \cdot Re_{mod} - 3,29 \cdot Re_{mod}^2 + 0,156 \cdot Re_{mod}^3 \quad (26)$$

profils elastische Eigenschaften zugewiesen. Die Annahme ist jedoch nur bei vernachlässigbaren Trägheitseffekten erlaubt.

### 6 Amplitudenverringerung

Die Verringerung der Schergeschwindigkeitsamplitude ist den Abb. 4a bis 4c ebenfalls zu entnehmen. Damit wird bei der Auswertung der Messungen ein weiterer Fehler begangen, da das Meßsignal Schubspannung einer Schergeschwindigkeit zugeordnet wird, die von einem linearen Geschwindigkeitsprofil ausgeht und

For oscillatory measurements it is commonly assumed that the values of the shear rate amplitude are equal at  $y = 0$  and  $y = h$ . For the system considered here, this approximation is only valid for  $\omega = 5$  rad/s. The decrease in the shear rate can be attributed to inertia of the test material. At high frequencies, the sample does not respond to the periodic strain ideally. In changing direction, energy is spent to accelerate the sample. This results in a decrease in amplitude and a phase shift of the shear rate between  $y = 0$  and  $y = h$ . At low frequencies, this effect is negligible. As was the case for the velocity profile, the shear rate goes through zero at the point where the slope  $dw/dy = 0$ .

### 5 Phase Shift

By comparing the zero positions of shear rates at  $y = 0$  and  $y = h$  (Figs. 4a–4c) the phase shift  $\phi$  is determined. For frequencies of  $\omega = 5$  rad/s the phase shift is  $\phi = 11.5^\circ$ . For the other frequencies the phase shifts are even higher, up to a value above  $90^\circ$  at  $\omega = 80$  rad/s. These phase shifts can be determined via measurements. As a result, reducing the data in the traditional way (i.e., assuming a linear velocity profile) leads one to conclude that elastic effects are present; this is correct however, only when inertial effects are negligible.

### 6 Amplitude Reduction

The decrease in the amplitude of the shear rate can also be seen in Figs. 4a–4c. This decrease is another source of error when reducing data, because the shear stress signal is considered to result from a shear rate consistent with a linear velocity profile (i.e.,  $\dot{\gamma} = \text{constant}$ ). In comparing the shear rate at  $y = h$  with the ideal shear rate amplitude (for a linear velocity profile), a lower than expected shear rate value is observed. For example, at  $\omega = 80$  rad/s the shear rate value is reduced by 18%. This means that the viscosity determined in this case is also 18% too low.

### 7 Characteristic number

In a variety of applications the phase shift resulting from fluid inertia is negligible, when kinematic viscosity is greater than  $v \approx 5 \cdot 10^{-3} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$  and the gap width is smaller than  $h \approx 2 \text{ mm}$ . For such cases, the frequency  $\omega$  may be as large as  $250 \text{ s}^{-1}$ , but the phase shift due to inertia will not exceed  $\phi = 6^\circ$ . Diluted polymer solutions with low viscosity obtain non-negligible inertial effects [5]. When testing multiphase systems such as suspensions, emulsions and foams, a gap width at least 20x larger than the particle size should be used, so that edge effects are negligible. For such large gaps, the accessible range of frequency is more limited than with smaller gaps. The modified Reynolds number  $Re_{mod}$  is useful for estimating the maximum attainable frequency in an oscillatory experiment using a rheometer with coaxial cylinders. The product of the factor  $\beta$  and the gap between the plates  $h$  results in this dimensionless constant (eq. (25)). The product  $\omega \cdot h$  is, of course, not related to an actual velocity. Fig. 5 shows results of calculations of the phase shifts for various gap widths and a plot of these phase shifts as a function of the modified Reynolds number. The curve can be approximated with eq. (26). Using

somit von  $\dot{\gamma} = \text{konstant}$ . Bezieht man die Werte der Schergeschwindigkeit an der Stelle  $y = h$  auf die idealen Schergeschwindigkeitsamplituden bei linearem Geschwindigkeitsprofil, so ergibt sich z.B. für eine Anregungskreisfrequenz von  $\omega = 80 \text{ rad/s}$  eine Schergeschwindigkeitsminderung von 18%. Das bedeutet, daß in diesem Fall die Viskosität um 18% zu niedrig ermittelt wird.

## 7 Kennzahl

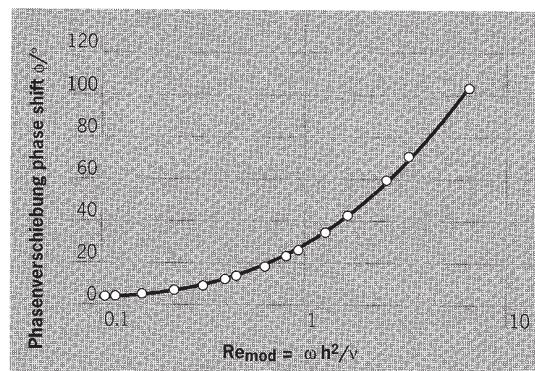
Für eine Reihe von Anwendungen ist die Phasenverschiebung durch die Fluidtrügheit vernachlässigbar, wenn die kinematische Viskosität über  $\nu \approx 5 \cdot 10^{-3} \text{ m}^2 \text{s}^{-1}$  beträgt und die Spaltbreite kleiner als  $h \approx 2 \text{ mm}$  ist. Dann darf  $\omega$  Werte mindestens bis zu  $\omega = 250 \text{ s}^{-1}$  annehmen und die Phasenverschiebung ist kleiner als  $\phi = 6^\circ$ . Bei verdünnten Polymerlösungen treten wegen der niedrigen Viskosität Trägheitseffekte auf [5]. Mehrphasensysteme wie Suspensionen, Emulsionen oder Schäume sollten zur Vermeidung von Randeffekten mit einer Spaltbreite von mindestens dem 20fachen der Partikelgröße vermessen werden. Bei größerer Spaltbreite ist der am Meßgerät einstellbare Bereich an Anregungsfrequenzen ebenfalls nur eingeschränkt nutzbar. Um den zulässigen Höchstwert abzuschätzen, eignet sich die nun vorgestellte modifizierte Reynoldszahl  $Re_{\text{mod}}$  für Schwingversuche in koaxialen Zylinder-Rheometern. Die Multiplikation des Faktors  $\beta$  mit dem Plattenabstand  $h$  ergibt diese Kennzahl, Gl. (25), wobei das Produkt  $\omega \cdot h$  keine reale Geschwindigkeit darstellt. Die Punkte in Abb. 5 zeigen die Phasenverschiebungen für verschiedene Plattenabstände über  $Re_{\text{mod}}$ . Den Verlauf der durchgezeichneten Kurve gibt Gl. (26) näherungsweise wieder. Mit den Gl. (25) und (26) können die Phasenverschiebungen für beliebige Stoffwerte, Anregungskreisfrequenzen und Plattenabstände berechnet werden.

**1. Beispiel:** Eine Bitumenemulsion enthält Styroporkugeln mit einem Durchmesser von  $x = 0,3 \text{ mm}$ . Man wählt für den Schwingversuch eine Spaltbreite von  $h = 6 \text{ mm}$ . Die durch Fluidtrügheit verursachte Phasenverschiebung soll unter  $3^\circ$  bleiben, dann darf  $Re_{\text{mod}}$  nur Werte bis zu  $Re_{\text{mod}} = 0,105$  annehmen. Die kinematische Viskosität wird auf  $\nu = 0,02 \text{ m}^2 \text{s}^{-1}$  geschätzt.  $\omega$  darf unter diesen Bedingungen Werte bis zu  $\omega = 29 \text{ s}^{-1}$  annehmen.

**2. Beispiel:** Zur Messung eines wärrigen Systems soll der Scherspalt angepaßt werden. Mit der kinematischen Viskosität des Wassers von  $\nu = 1 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \text{s}^{-1}$  und einer maximalen Anregungsfrequenz von  $\omega = 80 \text{ s}^{-1}$  ergibt sich bei einem zulässigen Fehler von  $5^\circ$  gleichbedeutend mit  $Re_{\text{mod}} < 0,172$  eine Spaltbreite von  $0,04 \text{ mm}$ . Das Problem ist praktisch kaum lösbar.

## 8 Schlußbemerkung

Für ein Kegel/Platte- oder Platte/Platte-Rheometer kann das Modell nicht verwendet werden, da dort eine Torsionströmung vorliegt. Jedoch ist auch bei Schwingversuchen mit diesen Rheometertypen ein Trägheitseffekt unvermeidbar. Die Auswirkungen müssen hier im einzelnen durch weitergehende Überlegungen noch untersucht werden. Es ist zu erwarten, daß bei Verwendung sehr geringer Plattenabstände und nicht zu hoher Anregungsfrequenzen der Meßfehler klein gehalten werden kann.



**Abb. 5:**  
Phasenverschiebung  $\phi$  über der modifizierten Reynoldszahl  $Re_{\text{mod}}$

**Fig. 5:**  
Phase shift  $\phi$  as a function of the modified Reynolds number  $Re_{\text{mod}}$

eqs. (25) and (26) one can calculate phase shifts for any desired set of material parameters, frequencies and gap widths.

*Example 1:* A bitumen emulsion contains styrene spheres of diameter  $x = 0.3 \text{ mm}$ . One chooses a gap width  $h = 6 \text{ mm}$  for the oscillatory experiment. The phase shift resulting from fluid inertia should remain under  $3^\circ$ ; therefore, the modified Reynolds number may not exceed  $Re_{\text{mod}} = 0.105$ . The kinematic viscosity is estimated as  $\nu = 0.02 \text{ m}^2 \text{s}^{-1}$ . Under these conditions the frequency applied can reach values up to  $\omega = 29 \text{ s}^{-1}$ .

*Example 2:* One wants to determine the proper gap for measuring an aqueous system. Using the kinematic viscosity of water ( $\nu = 1 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \text{s}^{-1}$ ) and a maximum frequency  $\omega = 80 \text{ s}^{-1}$ , if the maximum acceptable error is  $5^\circ$ , one obtains a modified Reynolds number  $Re_{\text{mod}} < 0.172$ , which corresponds to a gap width of  $0.04 \text{ mm}$ . Such a small gap width is experimentally impractical.

## 8 Concluding remarks

The model discussed here cannot be applied to cone and plate or parallel plate rheometers, because a torsional flow exists. However, inertial effects are also unavoidable when conducting oscillatory experiments with these types of rheometers. The effects in these cases will have to be examined further with additional experiments. It is expected that the error will remain small if very small gaps are used and the frequency applied is not too large.



- [1] Pahl, M.H.; Gleissle, W.; Laun, H.-M.: „Praktische Rheologie der Kunststoffe und Elastomere“, VDI-Verlag, Düsseldorf 1991
- [2] Müller, „Theorie zäher Flüssigkeiten“, Akademische Verlagsgesellschaft, Leipzig 1932
- [3] Schlichting, H.: „Grenzschicht-Theorie“, Verlag G. Braun, Karlsruhe, 8. Aufl. 1982
- [4] Meinecke, H.: „Tensidschäume, Charakterisierung und Zerstörung durch Beregen mit arteigener Flüssigkeit“, Dissertation, Paderborn 1994
- [5] Aschoff, D.; Schümmer, P.: „Trägheitseinfluß bei der instationären zylindrischen Couette-Strömung“, Chem.-Ing.-Tech. 64 (1992) Nr. 8, S. 752-753